

## PRODUCTION OF PURIFIED HYDROGEN PEROXIDE AQUEOUS SOLUTION

**Publication number:** JP2000302419 (A)

**Publication date:** 2000-10-31

**Inventor(s):** NAMIKAWA YOSHIJI; KOMAKI TAKESHI; INAGAKI SUSUMU; NISHIZAWA CHIHARU

**Applicant(s):** MITSUBISHI GAS CHEMICAL CO

**Classification:**

- international: C01B15/023; C01B15/00; (IPC1-7): C01B15/023

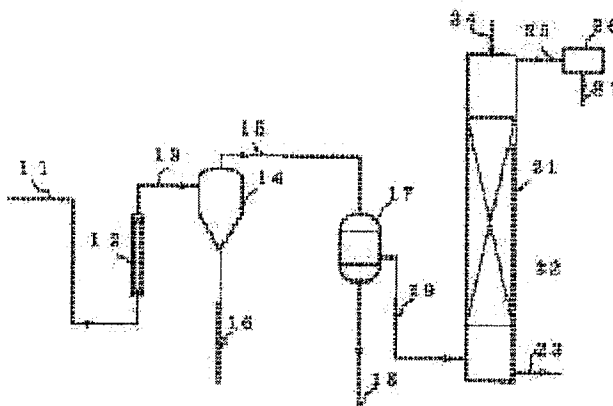
- European:

**Application number:** JP19990112855 19990420

**Priority number(s):** JP19990112855 19990420

### Abstract of JP 2000302419 (A)

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain a highly pure hydrogen peroxide aqueous solution by evaporating a hydrogen peroxide aqueous solution with an evaporator, separating the vapor with a gas-liquid separator, charging the vapor into a partial condenser preferably made from zirconium, extracting the purified hydrogen peroxide aqueous solution, and then supplying the concentrated vapor into a rectifier. **SOLUTION:** A crude hydrogen peroxide aqueous solution contains hydrogen peroxide in a concentration of 15 to 40 wt.%, and further contains organic impurities, iron ions and aluminum ion caused by the materials of installations, and further silicon components and so on caused by processes. The crude hydrogen peroxide aqueous solution is charged into an evaporator 12 from a line 11, and the produced gas-liquid mixture is introduced from the evaporator into a gas-liquid separator 14 through a line 13. The hydrogen peroxide aqueous solution separated with a gas-liquid separator 14 is extracted through a line 16. In the partial condenser 17, a heat exchanger, such as a multi-pipe cylindrical heat exchanger, made from zirconium is used in a portion which is brought into contact with the vapor. The liquid 18 condensed with the partial condenser 17 is extracted as a highly pure hydrogen peroxide aqueous solution, and the residual vapor is introduced into a rectifier 21 through a line 19.



Data supplied from the esp@cenet database — Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2000-302419  
(P2000-302419A)

(43) 公開日 平成12年10月31日 (2000. 10. 31)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

C 0 1 B 15/023

識別記号

F I

C 0 1 B 15/023

テームト\* (参考)

Z

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平11-112855

(22) 出願日 平成11年4月20日 (1999. 4. 20)

(71) 出願人 000004466

三菱瓦斯化学株式会社

東京都千代田区丸の内2丁目5番2号

(72) 発明者 南川 好次

三重県四日市市日永東2丁目4番16号 三

菱瓦斯化学株式会社四日市工場内

(72) 発明者 小牧 武

三重県四日市市日永東2丁目4番16号 三

菱瓦斯化学株式会社四日市工場内

(72) 発明者 稲垣 晋

三重県四日市市日永東2丁目4番16号 三

菱瓦斯化学株式会社四日市工場内

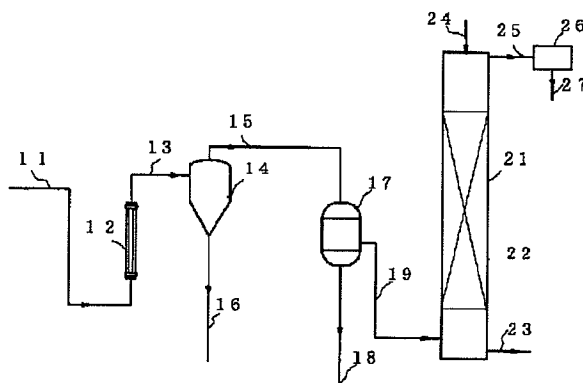
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 精製過酸化水素水溶液の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 高純度の過酸化水素水溶液の製造方法を提供する。

【解決手段】 過酸化水素水溶液を蒸発器12で蒸発させ、気液分離器14で蒸気を分離し、該蒸気を分縮器17に供給し、精製過酸化水素水溶液を抜き出し、さらに分縮された蒸気を精留塔21に供給する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 過酸化水素水溶液を蒸発器12で蒸発させ、気液分離器14で蒸気を分離し、該蒸気を分縮器17に供給し、精製過酸化水素水溶液を抜き出し、さらに分縮された蒸気を精留塔21に供給することを特徴とする精製過酸化水素水溶液の製造方法。

【請求項2】 分縮器の材質がジルコニウムである請求項1記載の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、アントラキノン法による過酸化水素の製造方法に関する。本発明による精製過酸化水素水溶液は高純度が要求される電子工業用として利用される。

## 【0002】

【従来の技術】過酸化水素は、工業的にはアントラキノン法により製造されている。ここで得られた粗過酸化水素水溶液は過酸化水素を15～40重量%含有しているが、通常工業的に使用される過酸化水素の濃度は30～70重量%であるので粗過酸化水素はさらに濃縮される。

【0003】過酸化水素は、近年、半導体やプリント配線板などの電子工業分野に於ける利用が増大し、これに伴って、極めて高純度の過酸化水素水溶液が要求されるようになり、粗過酸化水素の精留濃縮によって得られる製品も不純物の極めて少ない高純度の品質が要求されている。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、従来技術における上記したような課題を解決し、高純度の過酸化水素水溶液を提供することにある。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題について鋭意検討を行った結果、過酸化水素水溶液を材質がジルコニウムである分縮器により分縮することにより、高純度の過酸化水素が得られることを見だし本発明に到達した。

【0006】即ち、本発明は、過酸化水素水溶液を蒸発器12で蒸発させ、気液分離器14で蒸気を分離し、該蒸気を分縮器17に供給し、精製過酸化水素水を抜き出し、さらに分縮された蒸気を精留塔21に供給することを特徴とする精製過酸化水素水溶液の製造方法に関するものである。

## 【0007】

【発明の実施の形態】本発明の粗過酸化水素水溶液は、過酸化水素を15～40重量%含有し、有機不純物、装置材質に起因する鉄やアルミニウムイオン、及びプロセス工程上に起因するケイ素成分等を含んでいる。又、ピロリン酸塩等の安定剤単独あるいは混合したものを含んでいる。

【0008】本発明をフローダイアグラム(図1)を用いて詳述する。粗過酸化水素水溶液は11のラインより蒸発器12に入る。蒸発器12を出た気液は、ライン13を通過して気液分離器14に導かれる。過酸化水素の蒸留は、分解を少なくし安全性を考え通常減圧下で行われる。蒸発器の出口すなわち、気液分離器入り口の温度は、40～90℃、好ましくは60～80℃であり、圧力は、50～200torr、好ましくは60～150torrである。

【0009】気液分離器14では、揮発性不純物、過酸化水素、水からなる蒸気と非揮発性不純物を含み蒸気側組成と平衡にある過酸化水素水溶液に分離される。気液分離器14で分離された蒸気は、ライン15を経て分縮器17に導かれる。気液分離器では、分離した蒸気側のミスト含有量が0.5重量%以下まで分離させることが好ましい。気液分離器14で分離された過酸化水素水溶液はライン16から抜き出される。

【0010】気液分離器としては、サイクロン方式が構造上シンプルであり好ましく、さらには、2段又は3段以上の多段サイクロン方式が、有機物を多く含有し発泡性が高まった過酸化水素に対しても高性能の分離効率が得られる事からより好ましい。サイクロンの材質は、アルミニウムやステンレスが使用できるが過酸化水素の分解を少なく抑えるためには、アルミニウムまたはアルミニウム合金が好ましい。

【0011】分縮器17は、多管円筒型式、二重管式、単管式、プレート式、渦巻き式、ジャケット式などの熱交換器が使用される。中でも、多管円筒型式が低圧の使用、冷却、分縮の用途に適しており、且つ伝熱効率も高く信頼性も高い。また、分縮器17は、蒸気との接触部にジルコニウム材を用いるのが好ましい。ジルコニウムは、過酸化水素への溶出及び分解が少ないため高純度の過酸化水素を得ることができる。

【0012】分縮器17で分縮した液18は、高純度な過酸化水素水として抜き出され、残りの蒸気はライン19を経て精留塔に導かれる。分縮により得られる過酸化水素の濃度、採取量は、分縮器内蒸気の圧力、温度をコントロールすることにより得ることが出来る。分縮器の温度は、40～90℃、好ましくは60～80℃であり、圧力は50～200torr、好ましくは60～150torrである。

【0013】精留塔21は、アルミニウム材質で構成され、ラッシュリング、インターロックサドル、カスケードリングなどを充填して用いる方式が安価であり、広く採用されている。精留塔の塔底の温度は、40～90℃、好ましくは60～80℃であり、圧力は50～200torr、好ましくは60～100torrである。塔頂の圧力は、30～100torr、好ましくは40～80torrである。

## 【0014】

【実施例】次に実施例によって本発明を具体的に説明する。

【0015】実施例

図1の実験室用試験装置を用いて高純度な過酸化水素の蒸留精製を行った。サイクロン、サイクロンから精留塔に至る配管、精留塔の過酸化水素と接触する部分の材質には、A1070のアルミ材質を使用した。サイクロンの大きさはDc=40mmのPerry's Handbook記載の標準サイクロンであって、サイクロンから精留塔のラインの配管は内径20mmである。

【0016】分縮器17は、蒸気との接触部が純ジルコニウム (ASTM R60702) よりなるコイル型熱交換器で、6mmφ×1200mm1コイルに冷却水の通流量を調整

サイクロン出口：温度71℃、圧力109torr

分縮器内：温度63℃、圧力90torr

還流水：130g/hr

粗原料過酸化水素の成分

Al	: 120	ppb	(原子吸光により分析)
Fe	: 3	ppb	(原子吸光により分析)
Zr	: 1	ppb以下	(原子吸光により分析)
Si	: 10	ppb	(原子吸光により分析)
Na	: 450	ppb	(原子吸光により分析)
PO4	: 10.5	ppm	(イオンクロマトにより分析)

【0019】

得られた高純度分縮液の成分

Al	: 1	ppb	(原子吸光により分析)
Fe	: 0.5	ppb	(原子吸光により分析)
Zr	: 2	ppb	(原子吸光により分析)
Si	: 0.2	ppb以下	(原子吸光により累積濃縮分析)
Na	: 0.9	ppb	(原子吸光により分析)
PO4	: 20	ppb	(イオンクロマトにより分析)

【0020】比較例

分縮器を取り付けずに行った以外は、実施例2と同様の条件の蒸留装置を用いた。粗原料過酸化水素は実施例と同じものを使用した。粗過酸化水素水溶液を1,200g/hrの流量で蒸発器に供給して濃縮し、サイクロン

し分縮を行うものである。精留塔21は塔径50mmで、1/4Bの磁製インターロックサドル充填材を500mmの高さ充填したものである。

【0017】本蒸留装置において、過酸化水素32重量%、蒸発残分35ppm、安定剤としてピロリン酸ソーダ10水塩を5ppm及びオルトリン酸10ppmを含む粗過酸化水素水溶液を1,200g/hrの流量で蒸発器12に供給して濃縮し、サイクロンの下のライン16より過酸化水素濃度が64重量%の分離液354g/hrと分縮器下部18から過酸化水素濃度56重量%の高純度品144g/hrと精留塔底23から過酸化水素濃度53重量%の濃縮液149g/hrを得た。

【0018】主な運転条件を下記に示す。

の下のラインより過酸化水素濃度が62重量%の分離液406g/hrと精留塔塔底から過酸化水素濃度54重量%の濃縮液240g/hrを得た。主な運転条件を下記に示す。

【0021】

サイクロン出口：71℃、圧力は109torr

還流水：300g/hr (Si濃度0.1ppb以下)

得られた精留塔濃縮液の成分

Al	: 135	ppb	(原子吸光により分析)
Fe	: 1	ppb	(原子吸光により分析)
Zr	: 1	ppb以下	(原子吸光により分析)
Si	: 12	ppb	(原子吸光により分析)
Na	: 3	ppb	(原子吸光により分析)
PO4	: 18	ppb	(イオンクロマト分析)

【0022】

【発明の効果】本発明により、高純度の過酸化水素水溶液をシンプルな構造の設備により得ることが出来る。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の過酸化水素の蒸留分縮精製装置

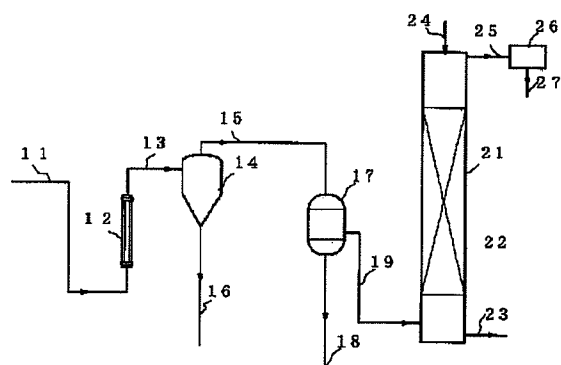
【符号の説明】

- 12：蒸発器
- 14：気液分離器
- 17：分縮器
- 21：精留塔

26 : コンデンサー

24 : 還流水

【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 西沢 千春  
三重県四日市市日永東2丁目4番16号 三  
菱瓦斯化学株式会社四日市工場内